

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-102074

(43) 公開日 平成7年(1995)4月18日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 J 3/12	C E P A			
C 0 8 L 1/02	L A D			

審査請求 未請求 請求項の数1 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号	特願平5-244968	(71) 出願人	000000033 旭化成工業株式会社 大阪府大阪市北区堂島浜1丁目2番6号
(22) 出願日	平成5年(1993)9月30日	(72) 発明者	南 義信 宮崎県延岡市旭町6丁目4100番地 旭化成 工業株式会社内

(54) 【発明の名称】 セルロース系素材の微細化方法

(57) 【要約】

【目的】 セルロース系素材を実用的に効率良く、微細化する方法を提供する。

【構成】 セルロース系素材を、予備分散工程で固形分1～20重量%の水系分散液とし、次いで微細オリフィス内において圧力600kg/cm²以上の条件で対面衝突させることを特徴とするセルロース系素材の微細化方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 セルロース系素材を、予備分散工程で固形分1～20重量%の水系分散液とし、次いで微細オリフィス内において圧力600Kg/cm²以上の条件で対面衝突させることを特徴とするセルロース系素材の微細化方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、セルロース系素材の微細化方法に関する。即ち本発明は、食品、医薬品、化粧品、塗料、セラミックス、樹脂、触媒、その他工業用品等広い分野において、懸濁安定剤、乳化安定剤、増粘安定剤、等の安定剤、組織付与剤、クラウディー剤、研磨剤、食物繊維、油脂代替物等として利用可能なセルロース系素材の微細化方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来よりセルロースの微細化については種々の方法が試みられている。例えば、特公昭62-30220号公報には微結晶セルロース懸濁液を高圧用均質化装置によって均質化する方法の開示があるが、十分に微細化するためには何回も繰り返し処理を行う必要があり実用的な方法とは言えない。また、特開平3-163135号公報には、積算体積50%の粒径が0.3～6μmの微粒化セルロース及びセルロース系素材を媒体ミルによって微粒化する方法の開示がある。

【0003】しかしながら、この方法では、6mm以下、通常は3mm以下の金属製、セラミック製等の小粒径のビーズを強制攪拌させることによってセルロース系素材の微粒化が行われるが、セルロース濃度を高めたり、微粒化の進行に伴う粘度の上昇によってビーズの運動が制限され生産性が低下するという問題がある。また、媒体同士及び媒体と攪拌翼等との衝突により経時的に摩耗が起こるという問題がある。また、得られた微粒化セルロースは、個々の粒子の長径と短径の比即ちアスペクト比が大きく、このため、滑らかさに欠ける。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、これらの従来技術の問題点を解決し食品、医薬品、化粧品、工業用品等の広い分野にわたり利用可能な高度の懸濁・分散・乳化等の安定剤、高度の保形性付与剤、組織付与剤、クラウディー剤、油脂代替物等に用いることが出来る微細化セルロース系素材を、実用的に効率よく製造する方法を提供する事を目的としている。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者は、これらの従来技術の問題点を解決するために鋭意研究を重ねた結果本発明に到達した。即ち、本発明は、セルロース系素材を、予備分散工程で固形分1～20重量%の水系分散液とし、次いで微細オリフィス内において圧力600Kg/cm²以上の条件で対面衝突させることを特徴とする

セルロース系素材の微細化方法に関するものである。

【0006】微細化に供されるセルロース系素材としては、木材パルプ、精製リンター等のセルロース系素材を酸加水分解、アルカリ酸化分解、酵素分解、スチームエクスプロージョン分解等により解重合処理した後精製した平均重合度30～375の水湿セルロース及びこれを乾燥したセルロースを用いることが出来る。また、このセルロースと水溶性のガム類及び又は澱粉分解物類等との複合体を用いることが出来る。更にパルプ等を鉱酸等により軽度に加水分解した後、粉碎したセルロースを用いることが出来る。

【0007】市販されているセルロース系素材としては、セルロースパウダー、結晶セルロース、結晶セルロースと水溶性ガム類等との複合体等がある。セルロース系素材を微細化するに当たっては、予備分散により均質に分散ないし出来るだけ磨砕することが必要であり、平均粒径で25μm以下、微細オリフィス内での閉塞を防止し、次工程でより微細化するためには15μm以下とすることが好ましい。

【0008】予備分散機としては各種の分散、乳化、磨砕機等を用いることが出来る。例えば、プロペラ型分散機、高速ミキサー、ホモミキサー、カッター等の各種ミキサー、ボールミル、コロイドミル等のミル類、高圧ホモジナイザーに代表される分散、乳化機、ニーダー、プラネタリーミキサー、エクストルーダー等に代表される混練、磨砕機等が使用出来る。

【0009】予備分散工程に続く微細オリフィス内で微細化する装置としては、例えば超高圧ホモジナイザーを用いるのが好ましい。超高圧ホモジナイザーとは加速された高流速によるせん断力、急激な圧力降下（キャビテーション）および高流速の粒子同士が微細オリフィス内で対面衝突することによる衝撃力によって磨砕を行う装置である。微細化する場合の圧力は約600Kg/cm²以上が必要であり、これ未満の圧力では微細化が不十分となり実用的ではない。市販されている装置としては、ナノマイザー（ナノマイザー株式会社製）、マイクロフルイダイザー（Microfluidics社製）等を用いることが出来る。

【0010】これらの予備分散及び微細化装置による分散においては、熱水を用いることが効果的である。微細化におけるセルロース系素材の水系分散液の濃度は、固形分で1～20重量%である。1重量%未満では実用的とは言えず、20重量%を越えると、微細化装置の運転における安定運転性、微細化効率が低下する。

【0011】本発明の微細化方法は、不純物の混入がなく、セルロース系素材を実用的に効率よく微細化出来る方法であり、得られる微細セルロース系素材は1μm以下の粒子の割合が高く、丸みを帯びたアスペクト比の小さい粒子形状のものが得られ、滑らかな組織を有し粘度の高いものが得られるという特徴がある。このため、食

品、医薬品、化粧品、塗料、セラミックス、樹脂、触媒、その他工業用品等広い分野において、懸濁安定剤、乳化安定剤、増粘安定剤、等の安定剤、組織付与剤、クラウドイー剤、研磨剤、食物繊維、油脂代替物等としての利用が可能である。なお、粒度の測定は、HORIBAレーザ回折式粒度分布測定装置（LA-500型、株式会社堀場製作所製）を用い、平均粒径は積算体積50%の粒径である。

【0012】

【実施例】次に、実施例によって本発明をさらに詳細に説明する。

【0013】

【実施例1】市販DPバルブを細断後、10%塩酸中で105℃20分間加水分解して得られた酸不溶性残渣をろ過、洗浄、精製した後、噴霧乾燥により水分4.7%の結晶セルロースを得た。この結晶セルロースの固形分を10重量%とし、エースホモジナイザー（日本精機製）で25℃において15000rpm、10分間の予備分散を行った。予備分散液の平均粒径は14.3μmであった。続いて、この予備分散液を高圧破砕装置（Microfluidics社製マイクロフルイダイザーM-110Y）で1200Kg/cm²の条件で3回通過して微細化結晶セルロースを得た。この微細化結晶セルロースの平均粒径を表1に示す。

【0014】

【実施例2】結晶セルロース複合体「アビセル」（登録商標）RC-N81（旭化成工業株式会社製）を固形分10重量%とし、TKホモキサー（特殊機化工業株式会社製）で25℃において5000rpm、30分間の予備分散を行った。予備分散液の平均粒径は12.5μmであった。続いて、この予備分散液を高圧破砕装置（Microfluidics社製マイクロフルイダイザーM-610型）で1200Kg/cm²の条件で3回通過して微細化結晶セルロース複合体を得た。このものの平均粒径を表1に示す。

【0015】

【実施例3】結晶セルロース複合体「アビセル」（登録商標）RC-N30（旭化成工業株式会社製）を固形分10重量%とし、TKホモキサー（特殊機化工業株式会社製）で60℃において5000rpm、10分間の予備分散を行った。予備分散液の平均粒径は10.0μmであった。続いて、この予備分散液を高圧破砕装置（ナノマイザー株式会社製ナノマイザーLA-31型）で1200Kg/cm²の条件で3回通過して微細化結晶セルロース複合体を得た。このものの平均粒径を表1に示す。

【0016】

【比較例1】特公昭62-30220、実施例1の方法に従って、結晶セルロース「アビセル」（登録商標）FD-101の均質化処理を行った。この時FD-101を固形分2重量%とし、TKホモキサー（特殊機化工業株式会社製）で25℃において5000rpm、10分間の予備分散を行った。予備分散液の平均粒径は26.1μmであった。続いて高圧用均質化装置（ゴーリンホモジナイザー：15M-8TA）を用いて液温25℃で仕込み、560Kg/cm²の条件で3回通過で均質化処理を行った。得られた均質化結晶セルロースの平均粒径を表1に示す。

【0017】

【試験例1】粒子の形状を顕微鏡によって観察した結果、実施例1～3のサンプルは丸みのある形状を示す。これに対して比較例1のサンプルはやや丸みがあるが粗大な粒子である。これらのサンプルについて口中及び指による官能テストを行った結果、本発明の方法で得られる微細化セルロースはざらつきのない滑らかなものであった。これに対して比較例1のサンプルは肌理が粗く、ざらつきが感じられ、粒子形状の観察結果と一致した。

【0018】

【表1】

	平均粒径（μm）			
	予備分散	1パス	2パス	3パス
実施例1	14.3	9.2	7.1	5.8
実施例2	12.5	8.0	6.4	5.2
実施例3	10.0	6.0	4.6	3.7
比較例1	26.1	20.5	17.6	15.5

【0019】

【発明の効果】本発明の微細化方法を用いることで、不

純物の混入がなく、セルロース系素材を実用的に効率よく微細化することが出来る。また、本発明の方法によっ

て得られる微細化セルロース系素材は、ざらつきがなく滑らかな組織を有し、粘度の高いものが得られるという特徴がある。このため、食品、医薬品、化粧品、塗料、セラミックス、樹脂、触媒、その他工業用品等広い分野

において、懸濁安定剤、乳化安定剤、増粘安定剤、等の安定剤、組織付与剤、クラウディー剤、研磨剤、食物繊維、油脂代替物等として効果を発揮すると共にその使用範囲を拡大することが可能となる。